

PULLING-UP APPARATUS FOR SILICON SINGLE CRYSTAL

Patent number: JP54119375
Publication date: 1979-09-17
Inventor: YASUDA SADAQ; others: 01
Applicant: HITACHI LTD
Classification:
- international: B01J17/18
- european:
Application number: JP19780026567 19780310
Priority number(s):

Report a data error h

Abstract of JP54119375

PURPOSE: To provide a pulling-up apparatus producing excellent Si single crystal of very low carbon content, by installing, above a crucible containing Si polycrystal, a gas-purging pipe which makes it possible to charge inert gas upon occasion, with its inner diameter and the distance from its lower end to the upper end of the crucible specified.

CONSTITUTION: The ratio of the diameter A of a gas-purging pipe 15 at the lower end to the diameter C of a crucible 5 is set at $A/C \geq 0.5$, and the distance B from the upper end of the crucibles 5, 6 to the lower end of the pipe 15 at $B \leq 110$ mm. During melting step of Si polycrystal 4, gas purge is conducted with inert gas such as Ar etc. through the pipe 15 so as to prepare Si single crystal which is pulled up. Consequently the pulled-up Si single crystal has very low carbon contamination. The pipe never disturbs easiness of pulling-up operation for Si single crystal, and recharging operation for raw material because it is arranged at such a position that the pipe 15 never interferes with the operator using the inspection holes 8.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54—119375

⑬Int. Cl.²
B 01 J 17/18

識別記号 ⑭日本分類
13(7) D 522.2

庁内整理番号 ⑮公開 昭和54年(1979)9月17日
6703—4G

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑯シリコン単結晶引上げ装置

⑰特 願 昭53—26567

⑱出 願 昭53(1978)3月10日

⑲発 明 者 安田貞夫
小平市上水本町1450番地 株式
会社日立製作所武蔵工場内

⑲発 明 者 加瀬雄史

小平市上水本町1450番地 株式
会社日立製作所武蔵工場内

⑳出 願 人 株式会社日立製作所
東京都千代田区丸の内一丁目5
番1号

㉑代 理 人 弁理士 薄田利幸

明 細 書

発明の名称

シリコン単結晶引上げ装置

特許請求の範囲

多結晶シリコンを収納するるつぼ上に不活性ガスを随時供給できるガスページ用パイプを有する装置であつて、ガスページ用パイプ内径がるつぼ内径に対して0.5倍以上で、るつぼ上端面とガスページ用パイプの下端面との離間距離が110mm以下であるシリコン単結晶引上げ装置。

発明の詳細な説明

本発明は、シリコン単結晶引上げ装置に関する。

従来、引上げシリコン単結晶の製造にあつては、シリコン単結晶引上げ装置を用いて行なわれているが、この種の装置は炭素材のヒータ、るつぼ、熱シールド板が使用されているため、この炉材からの汚染によってシリコン単結晶中に炭素が混入する欠点がある。そのため、このような汚染のないFZ(フローティングゾーン)法により形成したシリコン単結晶に比べ、引上げシリコン単

結晶は炭素濃度が高く、これを低減する効果的でしかも実用的な技術が強く要求されている。

この種の引上げシリコン単結晶の炭素汚染は、炭素材からなる炉材への吸着水分あるいは混入空気と炉材との反応により発生する酸化炭素ガスが原因であり、この低減策として従来、炉をよく空焼きしたり、炉のリークを少なくするなどが行なわれている。しかしこれだけでは炭素の異常増加汚染は防げても、FZ法により形成したシリコン単結晶相当の低炭素濃度のものを得ることは困難である。そこで、従来、不活性ガスであるアルゴンガスの流量を増し、シリコン(多結晶)液面と雰囲気ガスとの接触を避けるなどのガスの流し方を工夫したり、炉材料を変えるなどを行なっているが、材料費が大幅に増したり、炉の操作性が低下したり、他の不純物がシリコン単結晶中に混入するなどの問題があり、実用性に乏しい欠点がある。

そこで、本発明の目的は、引上げシリコン単結晶の製造、自動直径制御の操作、原料の一部を引

上げたのち原料を追加投入してシリコン単結晶を引上げるリチャージ操作などのシリコン単結晶引上げ作業の操作性を妨げることなく、しかも低炭素濃度のすぐれた引上げシリコン単結晶を得ることができる新規なシリコン単結晶引上げ装置を提供することにある。

以下、本発明の好適な実施例を用いて本発明を具体的に詳述する。

第1図は、本発明に係るシリコン単結晶引上げ装置の主要部を示す断面図である。1はメインチャンバー（主室）で、この中に炭素材からなるヒータ2、熱シールド板8が設けられ、また多結晶シリコン4を収納する石英るつぼ5、グラファイトるつぼ6がるつぼ支持シャフト7上に載置されている。8は覗き窓、9は排気口、10はヒータ用電極であり、11は直径制御装置である。また、12はシリコン単結晶13をシード14を用いて引上げる引上げシャフトであり、この周りにアルゴンガス等の不活性ガスを通すことのできるガスバージ用パイプ15がサブチャンバー（副室）16内に

に挿入するように設けられている。

そして、アルゴンガス等の不活性ガスによる多結晶シリコン4の溶解過程にガスバージを行なう条件及びガスバージ用パイプ15の仕様は、実験結果（これを第2図に図示する）によりつぎのように規定されている。

① るつぼ5径Cに対するガスバージ用パイプ15の下端径Aの比は、 $\frac{A}{C} \geq 0.5$ と規定してある。

② るつぼ5、6の上端面とガスバージ用パイプ15の下端面の距離Bは、 $B \leq 110$ mmと規定してある。

③ ガスバージ用パイプ15内のガス流速（パイプ15下端における常温換算ガス流速）Vは、多結晶シリコン4の溶解過程において、 $V \geq 10$ cm/秒と規定することが望ましい。なお、このガス流速は、前記①及び②の条件が $\frac{A}{C} > 0.5$ 、 $B < 110$ mmであれば、10cm/秒以下であってもよいことはあきらかである。

すなわち、本発明に係る装置は、るつぼ5、6中心軸上にガスバージ用パイプ15が前述したよ

うな条件を満たすように設けられてなるもので、多結晶シリコン溶解過程においてはこのパイプ15を用いてアルゴンガス等の不活性ガス流量を大きくしてガスバージを行ない、メインチャンバー1内における滞留ガスがるつぼ5、6内の多結晶シリコン4に接触するのを阻止するようにしてあることに特徴がある。

したがって、本発明に係る装置を用いて引上げシリコン単結晶を製作するには、るつぼ5中心軸上のガスバージ用パイプ15を通して多結晶シリコン4の溶解過程に、アルゴンガス等の不活性ガスのガスバージを行ない、シリコン単結晶の引上げ中はガスバージをガス消費量の節減上から行なわないで、引上げシリコン単結晶を製作するものである。したがって、引上げシリコン単結晶には炭素の汚染が可及的に少ないものにすることができる。これは、パイプ15を用いて多結晶シリコン4の溶解過程にアルゴンガス等の不活性ガスのガスバージを行なうと、メインチャンバー1内における滞留ガスがるつぼ5、6内の多結晶シリコ

ン4に接触するのを阻止することができるため、滞留ガス中に含まれている酸化炭素ガスが多結晶シリコン4に入ることが防止できることにある。

また、本発明に係る装置は、前述した条件を満たすガスバージ用パイプを設けたものであり、覗き窓8からみて何ら支障のない位置に配置されておるものである。そのため、引上げシリコン単結晶の観測、自動直径制御の操作及び多結晶シリコン（原料）の一部を引上げた後、原料を追加投入して引上げるリチャージ操作などのシリコン単結晶引上げ作業の操作性を妨げることがない。

第2図は、本発明に係るシリコン単結晶引上げ装置を用いて製作した引上げシリコン単結晶の炭素濃度分布Aを示すものである。同図において、gは結晶化分率を示すものである。また、Bは従来の引上げシリコン単結晶（アルゴンガスバージを行なわないで製作したもの）の炭素濃度分布を示すもの、Cは多結晶シリコンを加熱する過程で汚染がおこるかどうかを調べるため、るつぼ5に投入した結晶をほぼ引上げ時の重量に近い溶解寸

前の温度にまで加熱し、1時間放置し、冷却後伊にガスバージ用パイプを通してガスバージを行ないながら再加熱、溶解して引上げた場合の引上げシリコン単結晶の炭素濃度分布を示すものである。

一方、引上げシリコン単結晶中の炭素等の不純物の分布を理論的に求めてみると、不純物の混入や蒸発がない場合は(1)式、また多結晶シリコン中に不純物が経路して一定速度で混入する場合は(2)式で表わすことができる。

$$N_g = k N_0 (1-g)^{k-1} \quad \dots \dots \dots (1)$$

$$N_g = k N_0 (1-g)^{k-1} + \phi^{-1} \frac{1}{k-1} \{1 - (1-g)^{k-1}\} \dots (2)$$

上式において、 N_g は結晶化分率 g のときの結晶中の不純物濃度、 N_0 は初期の溶解多結晶シリコン中の不純物濃度、 k は不純物の偏析係数、 g は結晶化分率、 ϕ は液中への不純物の混入速度、 ϕ^{-1} は結晶化速度である。

したがって、炭素のシリコンに対する平衡偏析係数は0.07であることより、実効偏析係数 k_{eff} を0.1とし、 N_0 を $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 、 ϕ^{-1} を

$2.2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ として(1)式及び(2)式による分布を計算してみると第4図に示すようになる。

そのため、第4図に示す(1)式による分布は、実際の引上げシリコン単結晶中の炭素濃度の分布とはほぼ一致するものである。

したがって、第8図及び第9図に示された結果から次のようなことがわかる。

① 炭素が混入するのは、大部分が初期の多結晶シリコン溶解の段階で、シリコン単結晶引上げ途中の混入は少ない。

② ガスバージ用パイプによる不活性ガスバージで炭素の汚染は効果的に避けることができる。

③ ガスバージ用パイプを採用していない従来のものであると、初期濃度にして $2 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 程度の炭素が混入する。

④ 多結晶シリコンの溶解前の原料結晶(多結晶シリコン)の表面に付着するような態様の炭素の汚染は少ない。

以上の結果から、本発明は、多結晶シリコンの溶解過程において炭素の混入を効果的に防ぐもの

であり、炭素濃度分布の小さい引上げシリコン単結晶を得ることができるものである。

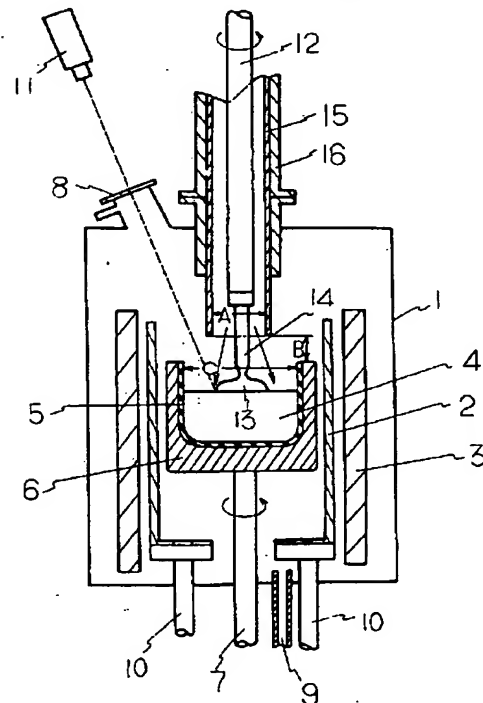
図面の簡単な説明

第1図は本発明に係るシリコン単結晶引上げ装置の要部を示す断面図、第2図は本発明に係るガスバージ用パイプの配置条件等を規定するために使用する実験値に基づいた図、第3図～第4図は引上げシリコン単結晶の炭素濃度分布を示す図である。

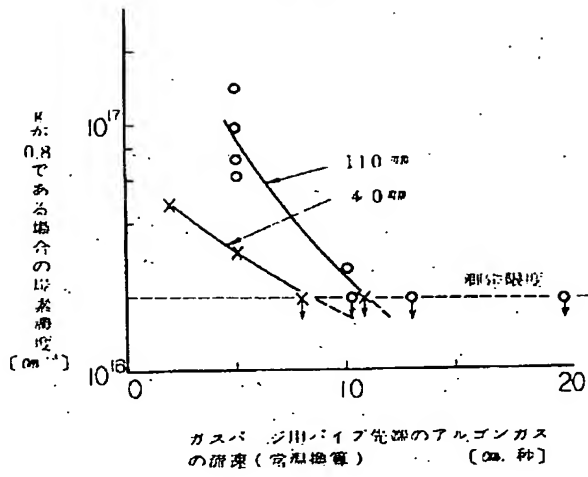
1…メインチャンバー、2…ヒータ、8…熱シールド板、4…多結晶シリコン、5…石英るつぼ、6…ボラファイトるつぼ、7…るつぼ支持シャフト、9…置き窓、10…排気口、11…ヒータ用電極、12…直径制御装置、13…引上げシャフト、14…シリコン単結晶、15…シード、16…ガスバージ用パイプ、17…サブチャンバー。

代理人 弁理士 藤田利幸

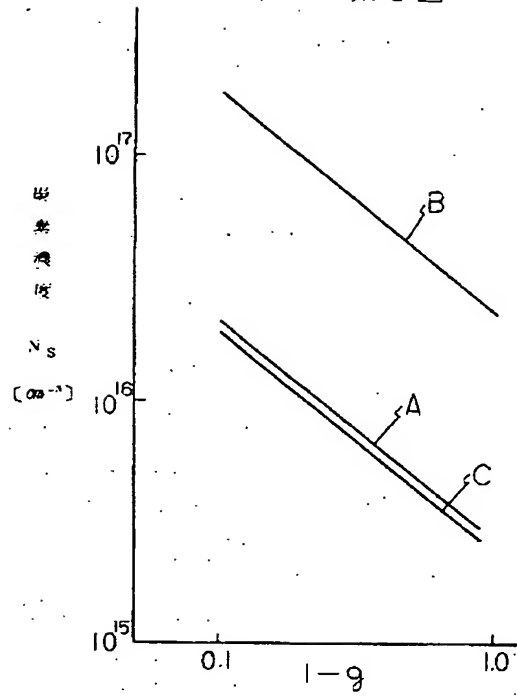
第1図



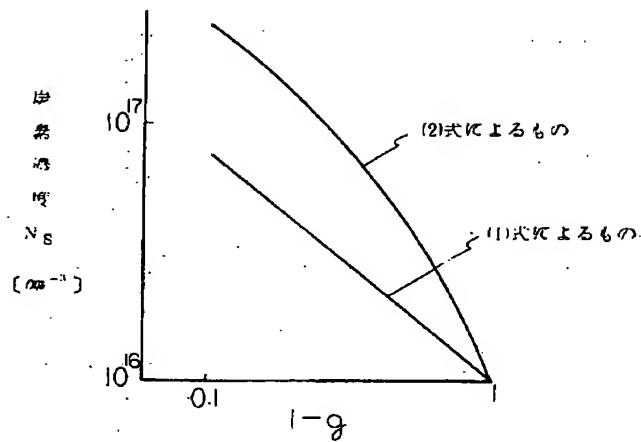
第2図



第3図



第4図



昭 60 5 30

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 53 年特許願第 26567 号 (特開 昭 54-119375 号, 昭和 54 年 9 月 17 日 発行 公開特許公報 54-1194 号掲載) については特許法第17条の2の規定による補正があったので下記のとおり掲載する。 3 (1)

Int. Cl. 1	識別記号	庁内整理番号
C30B 15/00		6542-4G

2. 明細書の特許請求の範囲の記載を別紙のとおりに補正する。
3. 明細書第1頁第12行目「本発明は、…… 関する。」を「本発明は、単結晶引上げ装置に関する。以下、シリコンの単結晶引上げ装置を例にとり説明する。」と補正する。

代理人 弁理士 高 橋 明 夫



手 続 補 正 書 (自発)

昭 60 5 30

特許庁長官 殿
事 件 の 表 示

昭和 53 年 特許願 第 26567 号

発 明 の 名 称

単結晶引上げ装置

補 正 を す る 者

特許出願人

特 許 出 願 人
株式会社日立製作所

代 理 人

〒100 東京都千代田区丸の内一丁目5番1号
株式会社日立製作所内 電話 東京 212 1111 (代表)

代 理 人 (6189) 高 橋 明 夫



補 正 の 対 象

明細書の発明の名称の欄、特許請求の範囲の欄及び
発明の詳細な説明の欄

補 正 の 内 容

1. 明細書の発明の名称を「単結晶引上げ装置」と
補正する。

昭 60 5 30

別 紙

特許請求の範囲

原料を収納するるつぼ上に不活性ガスを随時供給できるガスパーシ管用パイプを有する装置であつて、ガスパーシ管用パイプ内径がるつぼ内径に対して0.5倍以上で、るつぼ上端面とガスパーシ管用パイプの下端面との離間距離が110mm以下である
単結晶引上げ装置。

代理人 弁理士 高 橋 明 夫

高 橋 明 夫

